

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. September 2007 (27.09.2007)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2007/107260 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
B01D 1/22 (2006.01) **C11B 3/12** (2006.01)
B01D 5/00 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/002174

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. März 2007 (13.03.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2006 012 866.4 19. März 2006 (19.03.2006) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **UIC GMBH** [DE/DE]; Am Neuen Berg 4, 63755
Alzenau-Hörstein (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **ALBERS, Michael**
[DE/DE]; Kollwitzweg 38, 64291 Darmstadt (DE).
SCHARDT, Stefan [DE/DE]; Babenhäuser Strasse 7,
64839 Münster (DE).

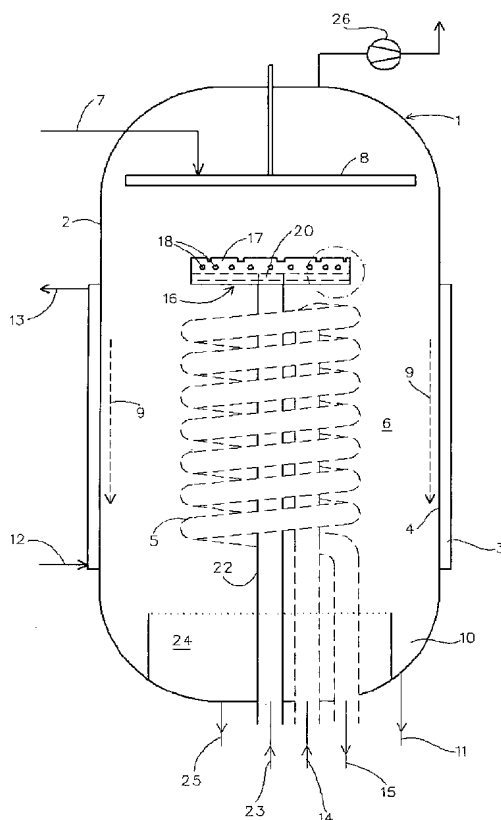
(74) Anwalt: **LEINEWEBER, Jürgen**; Aggerstrasse 24,
50859 Köln (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS,
JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,
LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: PROCESS FOR REMOVING VOLATILE COMPONENTS FROM A SUBSTANCE MIXTURE AND APPARATUS
FOR PERFORMING THIS PROCESS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR ABTRENnung LEICHTFLÜCHTIGER KOMPONENTEN AUS EINEM STOFFGE-
MISCH SOWIE VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DIESES VERFAHRENS



(57) Abstract: The invention relates to a process and to an apparatus for separating a volatile component from a substance mixture, in which the substance mixture is heated, the volatile component is at least partly evaporated and then the vapor formed is condensed; to improve the separating action, it is proposed that the condensate, in the region of the point of condensation, is contacted with a liquid in which the condensate dissolves.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Trennung einer leichtflüchtigen Komponente aus einem Stoffgemisch, bei dem das Stoffgemisch beheizt wird, die leichtflüchtige Komponente zumindest teilweise verdampft und danach der entstandene Dampf kondensiert wird; zur Verbesserung der Trennwirkung wird vorgeschlagen, daß das Kondensat im Bereich des Ortes der Kondensation mit einer Flüssigkeit in Berührung gebracht wird, in der sich das Kondensat löst.

WO 2007/107260 A1



SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärung gemäß Regel 4.17:

— *Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv)*

Veröffentlicht:

— *mit internationalem Recherchenbericht*
— *vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Verfahren zur Abtrennung leichtflüchtiger Komponenten aus einem Stoffgemisch sowie Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung einer oder mehrerer leichtflüchtiger Komponente(n) aus einem Stoffgemisch, bei dem das Stoffgemisch beheizt, die leichtflüchtige(n) Komponente(n) zumindest teilweise verdampft und danach der entstandene Dampf kondensiert wird. Außerdem betrifft die Erfindung eine für die Durchführung dieses Verfahrens geeignete Vorrichtung.

Voraussetzungen für Destillationsverfahren der erwähnten Art sind, daß die abzutrennende(n) Komponente(n) einen niedrigeren Siedepunkt hat/haben als die übrige(n) Komponente(n) des Stoffgemisches, und daß in Bezug auf die abzutrennende(n) Komponente(n) ein Dampfdruckgefälle zwischen dem Ort der Verdampfung und dem Ort der Kondensation aufrechterhalten wird.

Unter Kurzwegdestillation versteht man im allgemeinen eine Vakuumdestillationstechnik, bei der Verdampfer und Kondensator in ein und demselben Behälter so angeordnet sind, daß die Dampfmodule einen kurzen Weg vom Ort der Verdampfung zum Ort der Kondensation zurücklegen. Üblicherweise beträgt der Abstand zwischen Verdampfer und Kondensatorfläche bei den industriellen Kurzwegdestillationsapparaten wenige Zentimeter bis einige Dezimeter. Ist der Abstand zwischen Verdampferfläche und Kondensatorfläche kleiner als die freie mittlere Weglänge der Dampfmodule, so spricht man von Molekulardestillation.

Aufgrund der niedrigen Betriebsdrücke sind Kurzweg- und Molekulardestillation u.a. ausgezeichnete Methoden zur destillativen Abtrennung von einer oder mehreren leichtflüchtigen Komponenten aus Zwei- und Mehrstoffgemischen bei niedrigen Arbeitstemperaturen. Die Methode stößt jedoch immer dann an ihre Grenzen, wenn der Dampfdruck der abdestillierten Komponente oder Komponenten auf der Kondensationsfläche den Partialdruck der entsprechenden Komponente(n) in der Mischung auf der beheizten Verdampferwand erreicht. Dann nämlich ist keine weitere Abtrennung der leichtflüchtigen Komponente(n) mehr möglich, da nach dem Verständnis der Kurzwegdestillation die treibende Kraft, nämlich die Druckdifferenz, fehlt, oder nach dem Verständnis der Molekulardestillation, die Verdampfungsrate an der Verdampferfläche der Verdampfungsrate der betreffenden Komponente(n) auf dem Innenkondensator entspricht. Ein weiteres Absenken der Innenkondensatortemperatur zur Erniedrigung des Dampfdruckes der leichtflüchtigen Komponente(n) über dem

Kondensatstrom auf dem Innenkondensator ist oft nicht möglich, beispielsweise weil das Kondensat erstarren würde.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Destillationsverfahren mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 sowie eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 13 in Bezug auf die Trennwirkung zu verbessern.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe bezüglich des Verfahrens durch die kennzeichnenden Merkmale der Patentansprüche 1 bis 12 und bezüglich der Vorrichtung durch die kennzeichnenden Merkmale der Ansprüche 13 bis 19 gelöst.

Das Kondensat wird im Sinne der Erfindung mit einer Flüssigkeit in Berührung gebracht, in der es sich löst. Somit werden Konzentration und Dampfdruck der zu kondensierenden Komponente im Bereich des Ortes der Kondensation abgesenkt. Das Dampfdruckgefälle zwischen dem Ort der Verdampfung und dem Ort der Kondensation wird hierdurch erhöht und mithin eine Verbesserung des Abtrennungsgrades erreicht.

Besonders vorteilhaft ist es, das erfindungsgemäße Verfahren unter den Bedingungen der Kurzweg- oder Molekulardestillation auszuführen bzw. zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens eine Kurzweg- oder Molekulardestillationsvorrichtung einzusetzen, die mit Mitteln der Zuführung und Ausschleusung derjenigen Flüssigkeit ausgerüstet ist, die der Lösung des Kondensats dient. Da diese Flüssigkeit die Wirkung hat, die Absenkung der Konzentration der leichtflüssigen Komponente durch Verdünnung des Kondensats zu erreichen, wird sie im weiteren auch Waschflüssigkeit genannt.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren spielt es keine Rolle, ob die Verdampfung aus einem mechanisch gewischten Film erfolgt oder aber aus einem ungewischten, laminar oder turbulent auf der beheizten Verdampferfläche fließenden Film. Ebenso spielt es keine Rolle, ob die Verdampfung wie beim klassischen Kurzwegverdampfer von einer den Kondensator umgebenden beheizten Verdampferfläche auf einen im Innenraum des Apparates erzeugten Waschflüssigkeits-Rieselfilm erfolgt oder aber umgekehrt, von einer im Apparat angeordneten Verdampferfläche in einen an der inneren Apparatewand herunter fließenden Rieselfilm. Prinzipiell sind alle Anordnungen von Verdampferflächen und Kondensatorflächen möglich, bei denen z.B. die Randbedingungen der Kurzwegdestillation oder Molekulardestillation eingehalten werden.

Die Waschflüssigkeit muß zum einen die Eigenschaft haben, daß sie die abzutrennende leichtflüchtige Komponente löst. Weiterhin muß die Waschflüssigkeit einen hinreichend niedrigen Dampfdruck haben. Für den Fall, daß es sich bei der Waschflüssigkeit um ein Stoffgemisch handelt und/oder daß ein leichtflüchtiges Stoffgemisch abgetrennt werden soll, müssen alle Komponenten der jeweiligen Stoffgemische die erwähnten Eigenschaften haben.

Bei einer vorteilhaften Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mit Hilfe der Waschflüssigkeit ein Rieselfilm erzeugt, der auf der Oberfläche eines gekühlten Kondensators strömt und aufrechterhalten wird. Auf einen extern gekühlten Kondensator kann verzichtet werden, wenn die Waschflüssigkeit selbst derart ausreichend gekühlt ist, daß ihre Oberfläche die Kondensationsfläche bildet. Im letzteren Fall kann selbst auf eine Oberfläche, auf der die Waschflüssigkeit herabfließt, verzichtet werden. Es reicht aus, wenn die Waschflüssigkeit, beispielsweise in Form von Tröpfchen, in der Nähe der Verdampferflächen strömt.

Wird ein Einbau verwendet, auf dem die Waschflüssigkeit herabrieselt, dann ist es zweckmäßig, seine Oberfläche mit Unebenheiten zu versehen, die eine Verwirbelung der Waschflüssigkeit bewirken. Als Einbau kann auch ein vorzugsweise aus Metall bestehendes Geflecht verwendet werden.

Der zur Rieselfilmerzeugung aufgebrauchte Stoff oder das Stoffgemisch kann im einmaligen Durchlauf durch den Apparat geschleust oder auch bis zu einer erwünschten Anreicherung mit der/den leichtflüchtigen Komponente(n) im Kreislauf geführt werden.

Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen anhand von in den Figuren 1 bis 9 schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen erläutert werden. Es zeigen

- Figuren 1 bis 3 Schnitte durch eine Destillationseinrichtung nach der Erfindung,
- Figuren 4 und 5 ein Ausführungsbeispiel nach der Erfindung, bei dem die Temperierung der Kondensationsfläche durch ein Heiz-/Kühlmedium erfolgt, das von der verwendeten Waschflüssigkeit unabhängig ist,
- Figuren 6, 7 ein Ausführungsbeispiel, bei dem die Temperierung der Kondensationsfläche durch die Waschflüssigkeit selbst geleistet wird,
- Figur 8 ein Ausführungsbeispiel, bei dem gekühlte Waschflüssigkeit entlang eines Drahtgeflechts geführt wird, und
-
- Figur 9 Ergebnisse von Destillationsverfahren betreffend die Abtrennung von Caprylsäure aus Sonnenblumenöl..

Bei der Einrichtung 1 nach Figur 1 sind der Behälter mit 2, der Heizmantel mit 3, die Verdampferfläche mit 4 und der Kondensator mit 5 bezeichnet. Der Kondensator 5 ist gestrichelt dargestellt. Dadurch soll angedeutet werden, daß er für den Fall, daß die Waschflüssigkeit selbst gekühlt ist, nicht vorhanden sein muß. Auf diese Variante wird unten noch näher eingegangen. Der Verdampferraum ist mit 6 bezeichnet und wie üblich im wesentlichen zylindrisch ausgebildet.

Die Zugabe des Rohprodukts erfolgt über die Leitung 7 auf einen im oberen Bereich des Behälters 2 angeordneten, meist rotierend betriebenen Teller 8, der die Aufgabe hat, das Rohprodukt den Wandungen des Behälters 2 bzw. der Verdampferfläche 4 derart zuzuführen, dass es als Rieselfilm 9 die Verdampferfläche herabströmt. Der die Verdampferfläche 4 verlassende Flüssigkeitsfilm 9 sammelt sich in der äußeren Rinne 10 und wird über die Leitung 11 ausgeschleust. Über die Leitungen 12 und 13 erfolgt die Zu- bzw. Abführung des Heizmediums in den Heizmantel 3.

Der als Rohrschlange ausgebildete Kondensator 5 ist extern gekühlt. Zu- und Abführung des Kühlmittels/Wärmeträgers erfolgen über die Leitungen 14 bzw. 15.

Oberhalb des Kondensators 5 befindet sich ein weiterer Teller 16, der mit einem Wehr 17 ausgerüstet ist (siehe auch Figuren 2 und 3). Das Wehr 17 befindet sich oberhalb der Rohrschlange 5 und ist mit Durchtrittsöffnungen 18 sowie mit einer nach unten gerichteten, der oberen Rohrschlange zugewandten Kante 19 ausgerüstet.

Über den Teller 16 erfolgt die Zuführung der Waschflüssigkeit zum Kondensator 5. Im Zentrum des Tellers 16 befindet sich eine Öffnung 20, in die ein Steigrohr 22 mündet. Dieses wird von unten über die Anschlußleitung 23 mit Waschflüssigkeit versorgt. Die innere Wandung des Ringraumes 10 bildet einen zentral gelegenen Raum 24, in dem sich die vom Kondensator 5 nach unten strömende Waschflüssigkeit sammelt und über die Leitung 25 ausgeschleust wird. Eine an den Behälter 2 angeschlossene Evakuierungseinrichtung ist nur schematisch dargestellt und mit 26 bezeichnet.

Während des Betriebs verdampfen die Leichtsieder von der Verdampferfläche 4. Der Dampf strömt in Richtung Kondensator 5. Über die Steigleitung 22 gelangt Waschflüssigkeit zum Teller 16, strömt durch die Öffnungen 18 nach außen und unten. Entlang der Tropfkante 19 strömende Waschflüssigkeit benetzt die Oberfläche des Kondensators 5. Dort löst die Waschflüssigkeit die Kondensate des Leichtsieders, die zusammen mit der Waschflüssigkeit in den Raum 24 gelangen und über die Leitung 25 abgeführt werden. Das Lösen und Abführen des Kondensats der leichtsiedenden Substanz mit der Waschflüssigkeit hat – wie oben beschrieben – eine Absenkung des Dampfdruckes des Leichtsieders im Bereich der Kondensationsfläche und damit die gewünschte Erhöhung des Dampfdruckgefälles von der Verdampferfläche 4 zum Kondensator 5 zur Folge.

Mit einem (oder mehreren) Ventil(en) kann ein Austausch der Waschflüssigkeit in kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Weise erfolgen. Falls wünschenswert, kann die Waschflüssigkeit in einem nachgeschalteten Prozess aufbereitet und erneut eingesetzt werden. Es ist auch denkbar, vom Zulauf der zu behandelnden Substanz kontinuierlich oder diskontinuierlich einen Teil abzuzweigen und als Waschflüssigkeit zu verwenden.

Im Sinne der Erfindung sind auch andere Ausführungen von Verteilerplatte 16 und Wehr 17, z.B. mit gekrümmten Flächen oder strukturierter Oberfläche, Leitblechen zur Flüssigkeitslenkung, Flüssigkeitsabläufen usw. denkbar. Ebenso gut kann die Waschflüssigkeit von einem Flüssigkeitszulauf- oder Einspritzsystem anderer Bauart auf die Kondensatorfläche aufgebracht werden.

Die Figuren 4 und 5 zeigen mehr schematisch ein weiteres Ausführungsbeispiel für eine Destillationseinrichtung nach der Erfindung, bei der der Kondensator 5 die Waschflüssigkeit kühlt. Das Rohprodukt wird oberhalb des Heizmantels 3 zugeführt und fließt als Film 9 auf der Verdampferfläche 4 nach unten. Der Rohproduktfilm kann als Fallfilm frei fließen oder mechanisch gewischt sein. Leichtsiedende Komponenten verdampfen und strömen zur Oberfläche des Kondensators 5. Im Film 9 verbliebener, nicht verdampfter Rückstand gelangt in den Sammelraum 10 und verlässt den Behälter über die Leitung 11.

Der Kondensator ist schematisch als Einheit mit einer integrierten Wärmetauschorruchtung 28 dargestellt. Von unten erfolgt die Versorgung dieser Vorrichtung mit einer Kühlflüssigkeit (Leitungen 14,15).

Aus der Öffnung 20 auf der oberen Seite des Kondensators 5 tritt die Waschflüssigkeit aus. Bereits während des Durchströmens der Steigleitung 22 wird sie gekühlt. Die Kondensation und Lösung der auf der Verdampferfläche 4 verdampften Leichtsieder erfolgt in dem frei fließenden oder auch gewischten Waschflüssigkeitsfilm, der auf der Oberfläche des Kondensators 5 herabfließt. Die Waschflüssigkeit gelangt in den Sammelraum 24 und verlässt den Behälter über die Leitung 25.

Bei dem in Figur 4 dargestellten Ausführungsbeispiel wird die Waschflüssigkeit im Kreislauf geführt. Im Leitungsabschnitt 31, der die Austrittsleitung 25 mit der Eintrittsleitung 22 verbindet, befindet sich eine Förderpumpe 32. Über Abzweigleitungen 33 und 34 mit jeweils einem Ventil 35, 36 kann ein Austausch der Waschflüssigkeit in kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Weise erfolgen.

Bei den vorstehend beschriebenen Ausführungsbeispielen übernimmt der Kondensator 5 die notwendige Kühlung der Waschflüssigkeit. Wird die Waschflüssigkeit selbst ausreichend tief gekühlt zugeführt, kann die Versorgung des Kondensators 5 mit Kühlflüssigkeit entfallen. Seine Oberfläche dient zusammen mit der Waschflüssigkeit als Kondensationsfläche. Letztlich können auch beides, Kondensator 5 und Waschflüssigkeit, gekühlt sein.

Die Figuren 6 bis 8 zeigen Ausführungsbeispiele nach der Erfindung, bei denen die Waschflüssigkeit gleichzeitig als Kühlmedium für den Kondensationsprozess und als Lösungsmittel für die kondensierenden Leichtsieder dient.

Das Ausführungsbeispiel nach den Figuren 6 und 7 entspricht den Figuren 4 und 5. Die Kondensatoreinheit 5 ist hierbei nicht gekühlt. Im Leitungsabschnitt 31, der die Austrittsleitung 25 der Waschflüssigkeit mit der Eintrittsleitung 22 verbindet, befindet sich neben der Pumpe 32 ein Wärmetauscher 37. Zweckmäßig sind Pumpe 32 und Wärmetauscher 37 geregelt, so daß die Waschflüssigkeit laufend mit einer ausreichend tiefen Temperatur über die Leitung 22 bei 20 in den Verdampferraum 6 eintritt. Die Kondensation der Leichtsieder erfolgt in den auf der Oberfläche der Kondensatoreinheit 5 herabfließenden Film der Waschflüssigkeit.

Bei einer besonders vorteilhaften Ausführung kann eine solide Kondensatoreinheit 5 völlig entfallen. Die selbst gekühlte Waschflüssigkeit kann z.B. in der beschriebenen Weise zugeführt und von einem Teller 16, wie er zu Figur 1 beschrieben ist, frei herabrieseln. Auch ein Einsprühen der Waschflüssigkeit in den Verdampferraum ist möglich.

Das Beispiel nach Figur 8, das der Ausführung nach Figur 1 entspricht, zeigt eine Variante ohne Kondensator 5. An den Teller 16 schließt sich nach unten in Höhe der Verdampferfläche 4 ein Einbau 38 an, der den Waschflüssigkeits-Rieselfilm turbulent führt und beispielsweise aus einem im wesentlichen zylindrisch gestalteten Drahtgeflecht besteht. Der Einbau 38 erstreckt sich bis in den unteren Sammelraum 24.

Die Erfindung soll nicht auf die offenbarten Vorrichtungsbeispiele beschränkt sein. Das beschriebene Verfahren kann in nahezu allen, geeignet gestalteten Destillations-einrichtungen ausgeführt werden. Diese können aus Metall, Glas und/oder anderen Werkstoffen bestehen.

Generelle Verfahrensbeispiele sind:

Adestillieren von Fettsäuren aus pflanzlichen oder tierischen Ölen; Terpene, Steroide und Alkaloide aus pflanzlichen und tierischen Naturstoffen; Pestizide, Herbizide oder Fungizide sowie deren Abbauprodukte aus pflanzlichen und tierischen Ölen und Fetten; dazu gehören Verfahren, wie sie in den internationalen Anmeldungen WO 2004/007 654 A1 und WO 2004/007 655 A1 offenbart sind. Abtrennung von Farb- und Aromastoffen, Vitaminen, (Co-)Enzymen, Tetrapyrrolen, Polyphenolen oder Fettsäureestern aus pflanzlichen und tierischen Naturstoffprodukten; Abtrennung von Monomeren aus Di-, Tri- und Polymeren; von Monoestern aus Di-, Tri- und Polyestern; allgemein mono- oder dimere Kopplungskomponenten aus Polymeren oder Prepolymeren, die durch Addition oder Kondensation hergestellt werden.

Als weiteres Beispiel soll die destillative Abtrennung von Caprylsäure aus einer Triglyceridmischung (Sonnenblumenöl) beschrieben werden. Ausgangsprodukt ist eine 0,5%ige Lösung der Caprylsäure im Sonnenblumenöl. Das genannte Gemisch steht exemplarisch für eine in der industriellen Anwendung der Kurzwegdestillation häufig anzutreffende Trennaufgabe: Möglichst weitgehendes Reduzieren der Restkonzentrationen von Leichtsiedern aus einem schwersiedenden Substrat. Dabei kann die Temperatur des Innenkondensators aus verschiedenen Gründen oft nicht beliebig niedrig gewählt werden, was zu der eingangs beschriebenen verminderten Abreicherungsleistung des Verdampfers führt. Die Verwendung des erfindungsgemäßen Waschkondensators führt unter diesen Bedingungen zu einer markanten Verbesserung der Strickleistung, d.h. Erniedrigung der erreichbaren Restgehalte an Leichtsiedern im Destillationsrückstand. Für die Ermittlung der experimentellen Daten wurde ein Waschkondensator in der Ausführung nach Figur 1 eingesetzt, der sowohl als konventioneller Innenkondensator (keine Waschflüssigkeits-Einspeisung) als auch als Waschkondensator mit regelbarem Waschflüssigkeits-Strom verwendet werden kann. Als Waschflüssigkeit wurde Sonnenblumenöl eingesetzt. In Destillationsversuchen mit unterschiedlichen Kondensator-Temperaturen und konstant gehaltenen übrigen Parametern zeigte sich, daß im betrachteten Temperaturbereich die erfindungsgemäße Berieselung des Kondensators mit Waschflüssigkeit eine Erniedrigung der Rückstandsgehalte um bis zu 60% im Vergleich zur gewöhnlichen Kondensation erbringt. Der Mengenstrom sowie die Beladung der im Kreis geführten Waschflüssigkeit mit einkondensierten Leichtsiedern können über einen größeren Bereich variieren, ohne die Abreicherung negativ zu beeinflussen. In Figur 9 sind exemplarisch Ergebnisse von Testdestillationen abgebildet. Die Figur zeigt den Rückstandsgehalt (y-Achse) bei unterschiedlichen Kondensatortemperaturen (x-Achse).

Patentansprüche

- 1) Verfahren zur Trennung einer leichtflüchtigen Komponente aus einem Stoffgemisch, bei dem das Stoffgemisch beheizt wird, die leichtflüchtige Komponente zumindest teilweise verdampft und danach der entstandene Dampf kondensiert wird, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat im Bereich des Ortes der Kondensation mit einer Flüssigkeit in Berührung gebracht wird, in der sich das Kondensat löst.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es unter den Bedingungen der Kurzweg- oder Molekulardestillation ausgeführt wird.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Verdampferfläche (4) und ein gekühlter Kondensator (5) vorgesehen sind und daß ein Waschmittel-Rieselfilm auf der Oberfläche des Kondensators (5) erzeugt wird.
- 4) Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Waschflüssigkeit derart tief gekühlt wird, daß ihre Oberfläche selbst die Funktion eines Kondensators hat.
- 5) Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Waschflüssigkeit in Höhe der Verdampferfläche (4) als von Einbauten unabhängiger Strom frei herabrieselt.
- 6) Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß zur Führung der gekühlten Waschflüssigkeit ein passiver (ungekühlter) Einbau verwendet wird, der beispielsweise aus einem Drahtgeflecht besteht.
- 7) Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Austausch der Waschflüssigkeit in kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Weise erfolgt.
- 8) Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Waschflüssigkeit in einem nachgeschalteten Prozess aufbereitet und erneut eingesetzt wird.
- 9) Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohprodukt auch als Waschflüssigkeit verwendet wird.
- 10) Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß vom Zulauf des Rohprodukts kontinuierlich oder diskontinuierlich ein Teil abgezweigt und als Waschflüssigkeit verwendet wird.

- 11) Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Waschmittelstrom in Bezug auf Menge und Temperatur geregelt wird.
- 12) Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Waschmittelstrom diskontinuierlich zugeführt wird.
- 13) Destillationsvorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie mit einem gekühlten Kondensator (5) ausgerüstet ist, der der Kühlung der zugeführten Waschflüssigkeit dient.
- 14) Destillationsvorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß sich in der Zuführungsleitung für die Waschflüssigkeit ein Kühler (37) befindet.
- 15) Destillationsvorrichtung nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Führung der Waschflüssigkeit im Kreislauf erfolgt und daß sich in diesem Kreislauf eine vorzugsweise geregelte Pumpe (32) und – für den Fall, daß die Waschflüssigkeit gekühlt wird – ein Kühler (37) befindet.
- 16) Destillationsvorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Zufuhr der Waschflüssigkeit über einen Teller (16) erfolgt, der im wesentlichen oberhalb der Verdampfungsflächen (4) angeordnet ist.
- 17) Destillationsvorrichtung nach den Ansprüchen 13 und 16, dadurch gekennzeichnet, daß sich unterhalb des Tellers (16) der gekühlte Kondensator (5) befindet.
- 18) Destillationsvorrichtung nach den Ansprüchen 14 und 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum unterhalb des Tellers (16) entweder frei von Einbauten ist oder daß sich in diesem Raum Einbauten (5, 38) zur Führung des Waschmittelstromes befinden.
- 19) Destillationsvorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß sich unterhalb des Tellers (16) ein aus einem Drahtgeflecht bestehender Einbau befindet.
- 20) Anwendung der Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12 auf:
Adestillieren von Fettsäuren aus pflanzlichen oder tierischen Ölen; Terpene, Steroide und Alkaloide aus pflanzlichen und tierischen Naturstoffen; Pestizide, Herbizide oder Fungizide aus pflanzlichen und tierischen Ölen und Fetten; dazu gehören Verfahren, wie sie in den internationalen Anmeldungen WO 2004/007 654 A1 und WO 2004/007 655 A1 offenbart sind. Abtrennung von Farb- und Aromastoffen, Vitaminen, (Co-)Enzymen, Tetrapyrrolen, Polyphenolen oder Fettsäureestern aus pflanzlichen und tierischen Naturstoffprodukten; Abtrennung von Monomeren aus Di-, Tri- und Polymeren; von Monoestern aus Di-, Tri- und

Polyestern; allgemein mono- oder dimere Kopplungskomponenten aus Polymeren oder Prepolymeren, die durch Addition oder Kondensation hergestellt werden.

- 21) Anwendung der Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12 auf die destillative Abtrennung von Caprylsäure einer aus einer Triglyceridmischung (Sonnenblumenöl).

Fig. 1

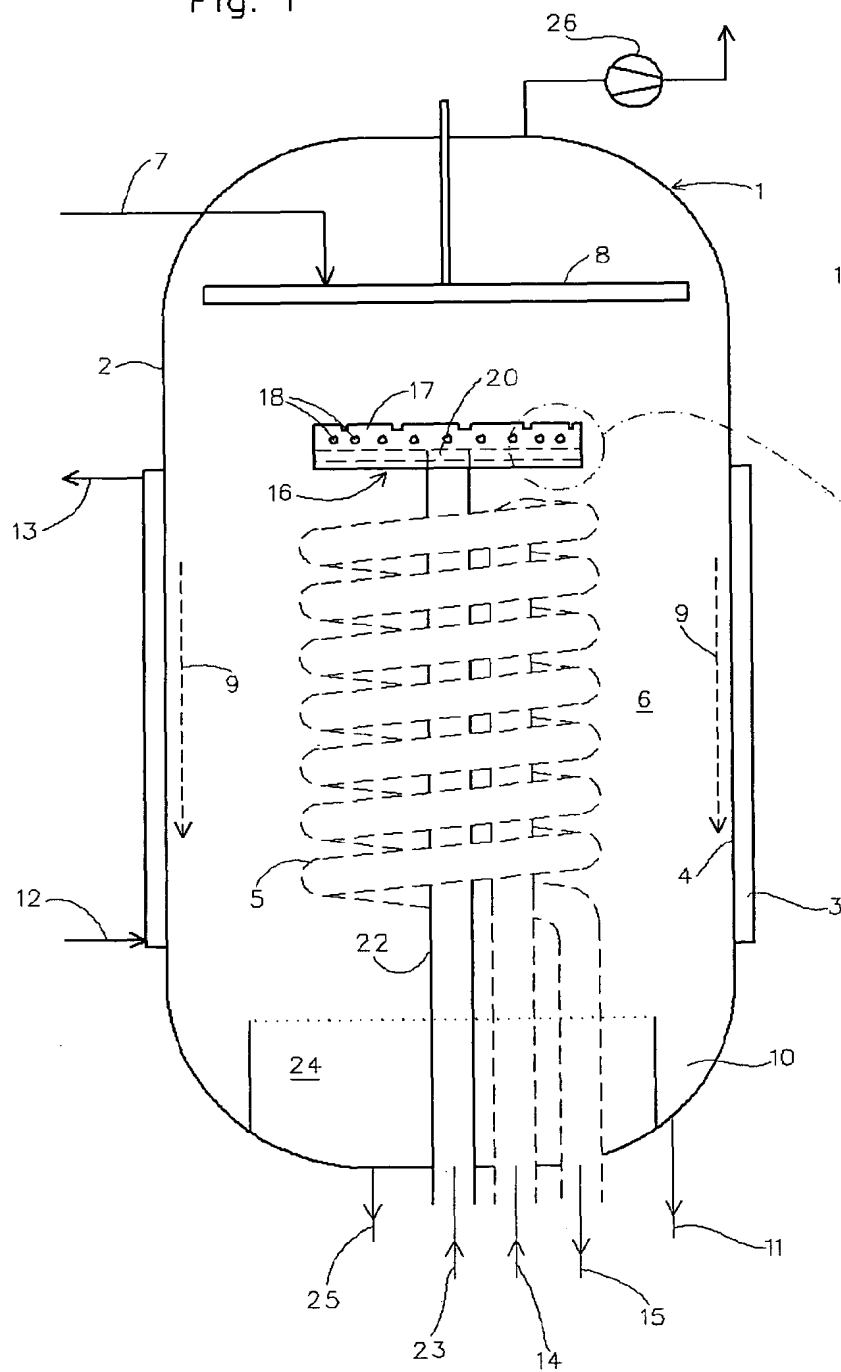


Fig. 2

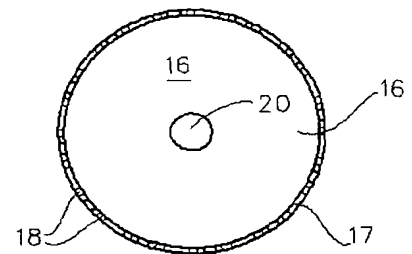


Fig. 3

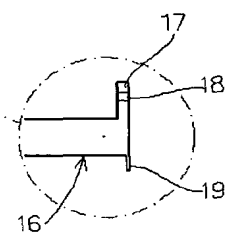


Fig. 5

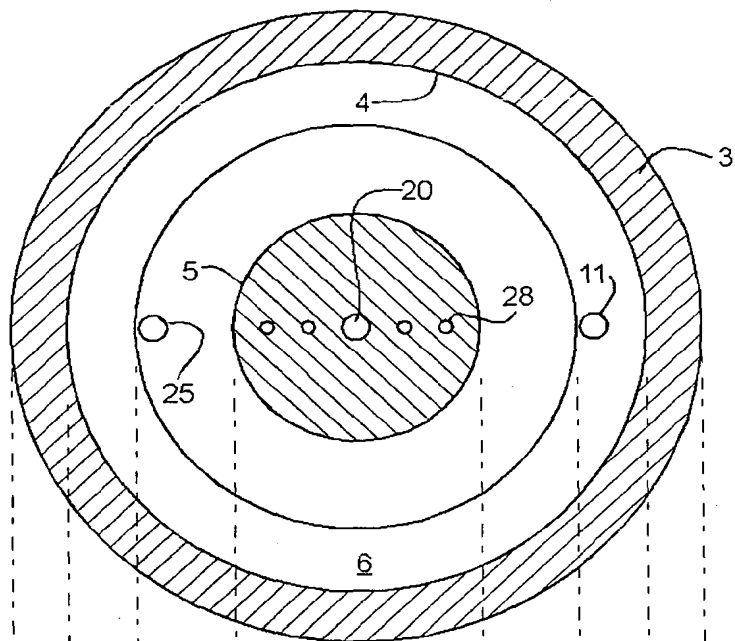


Fig. 4

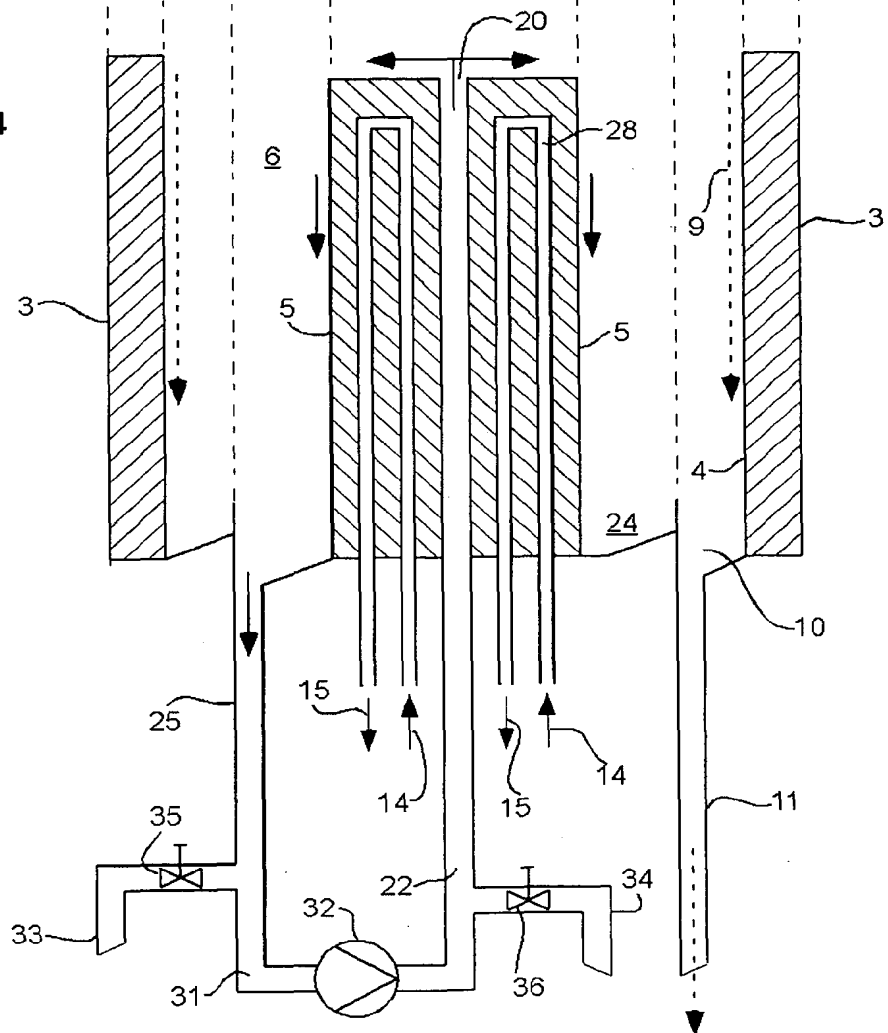


Fig. 7

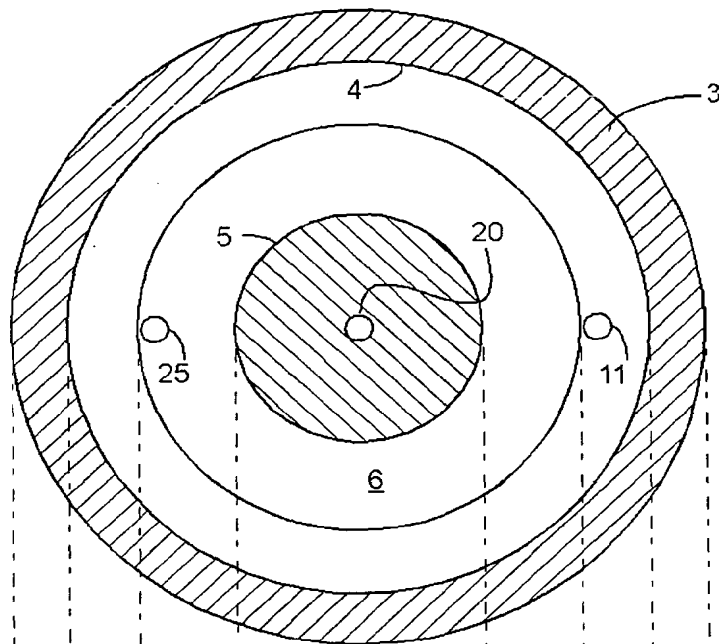


Fig. 6

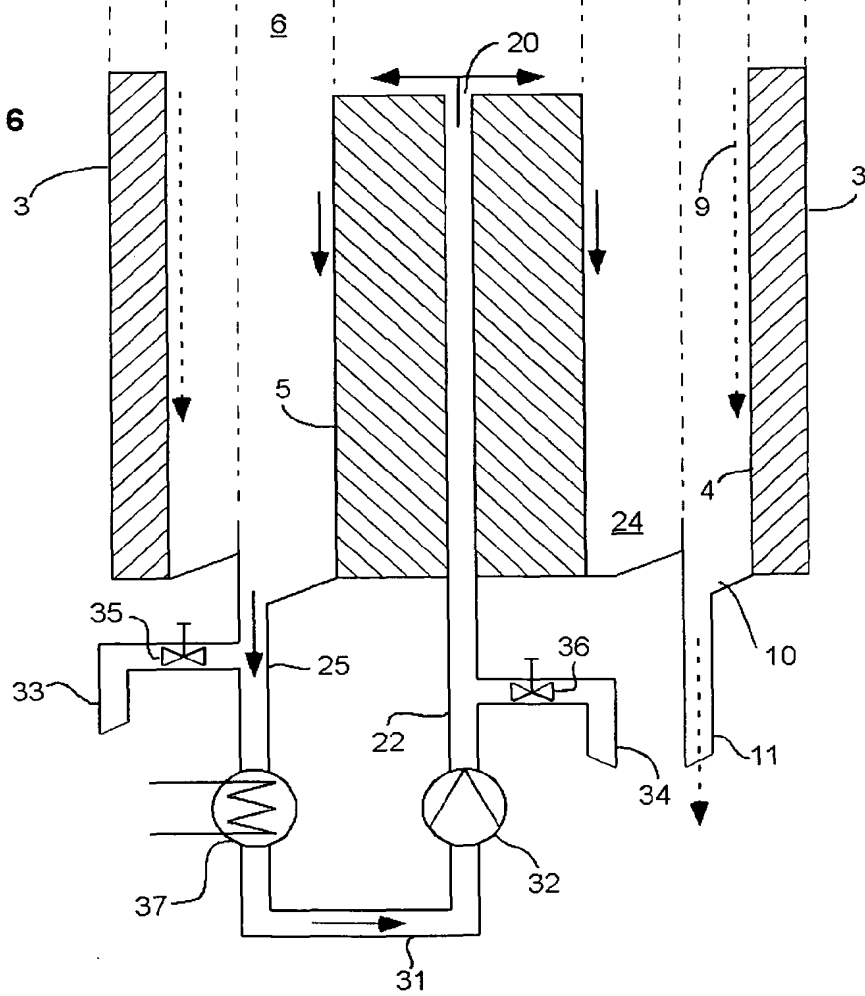


Fig. 8

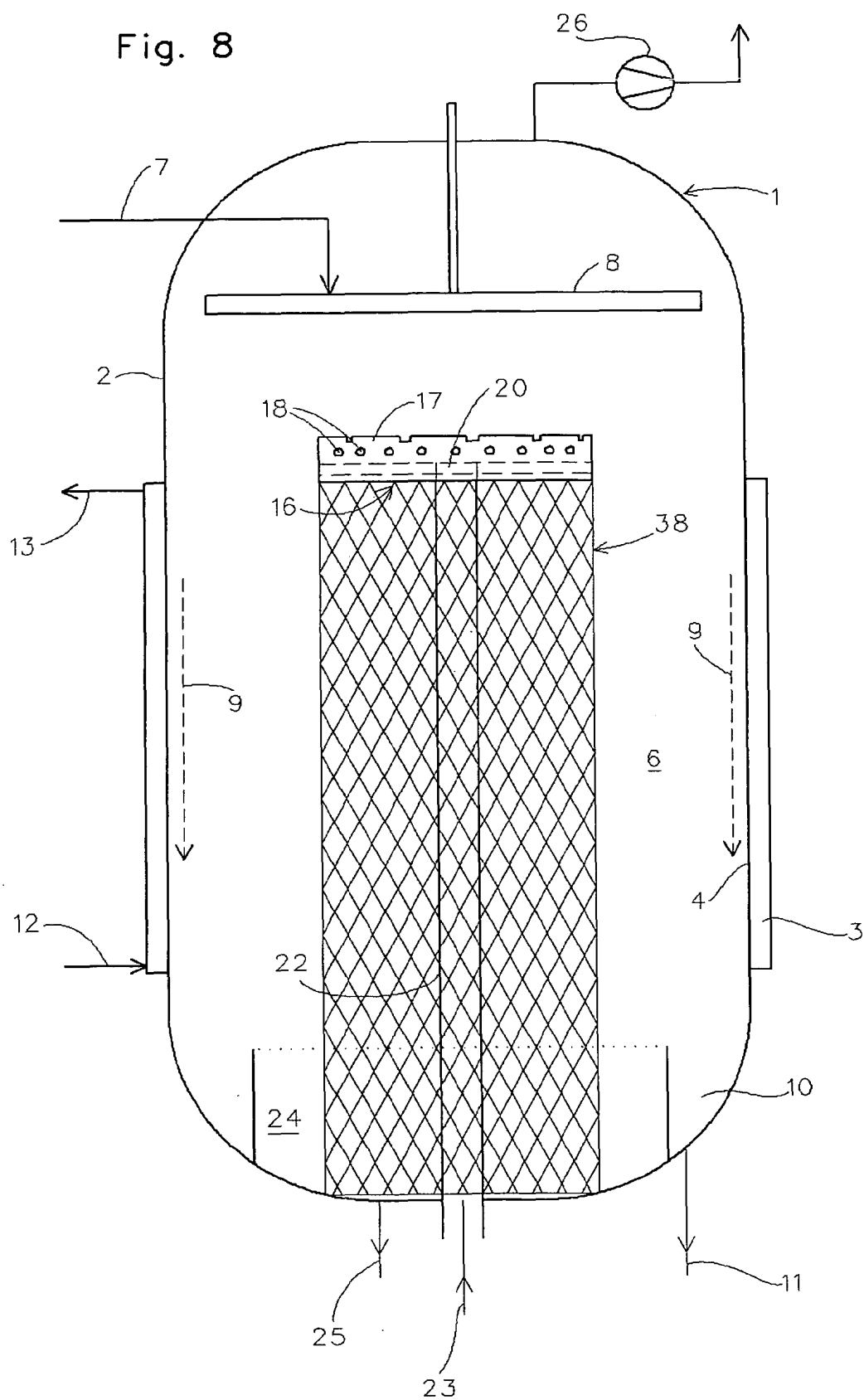
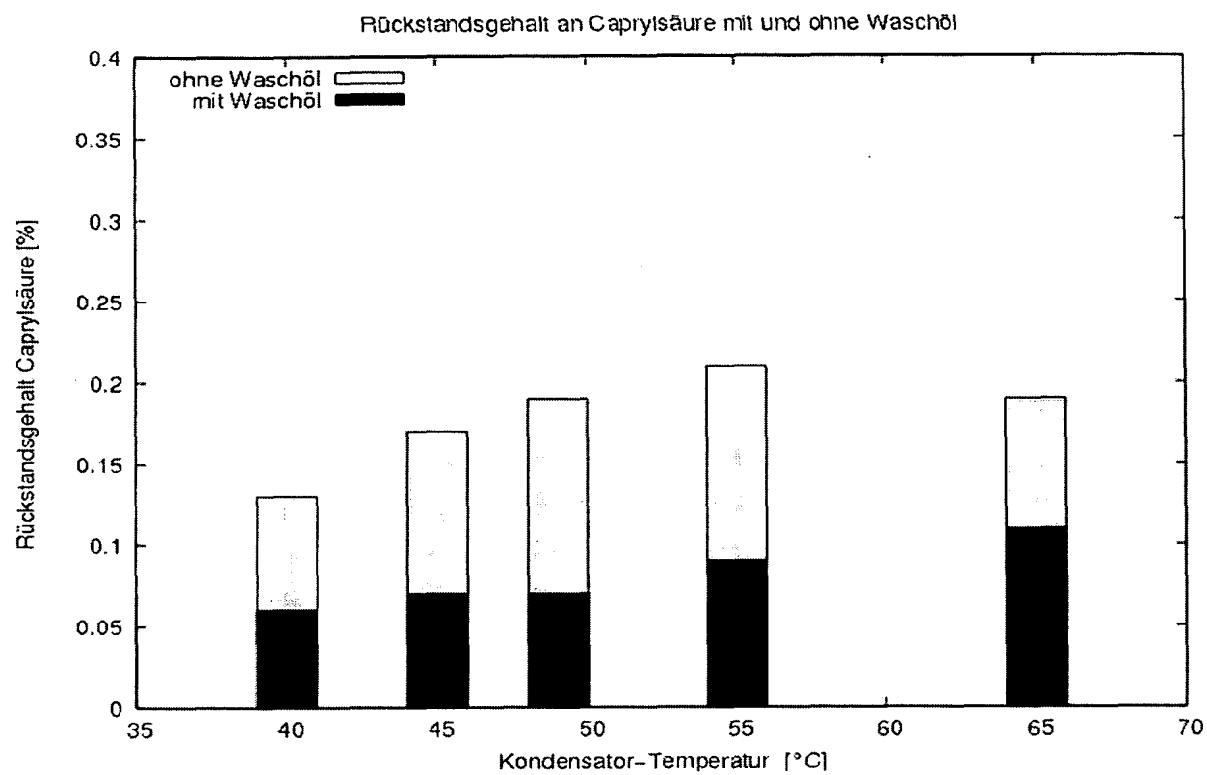


Fig. 9



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2007/002174

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B01D1/22 B01D5/00 C11B3/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D C11B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 189 610 A (SHELL INT RESEARCH [NL]) 6 August 1986 (1986-08-06) page 6, line 18 - page 7, line 13; claims 1,2,4,10; figure 1 page 3, line 1 - line 6 -----	1-19
X	US 5 211 812 A (VIELBERTH JOHANN [DE] ET AL) 18 May 1993 (1993-05-18) column 5, line 7 - line 32; claim 1; figures 1,2 column 10, line 37 - line 43 -----	1,3,4, 7-21
X	WO 01/03810 A (MOUNT DENNIS WILLIAM [CA]) 18 January 2001 (2001-01-18) page 5, line 21 - page 6, line 21; claims 1-3; figures 1,5 page 12, line 19 - page 13, line 12 ----- -/--	1,4,8,13



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26 July 2007

Date of mailing of the international search report

07/08/2007

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo.nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Saettel, Damien

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2007/002174

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2004/210070 A1 (KRUIDENBERG MARCO [NL]) 21 October 2004 (2004-10-21) paragraphs [0002], [0007]; claim 1; examples 1,2 -----	20,21
A	DE 100 24 420 A1 (GEA CANZLER GMBH [DE]) 29 November 2001 (2001-11-29) paragraphs [0012], [0035] - [0052]; claim 1; figure 1 -----	1-21

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2007/002174

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0189610	A	06-08-1986	AU 5133085 A BR 8506331 A CN 85109038 A ES 8704086 A1 JP 61192303 A ZA 8509605 A	26-06-1986 26-08-1986 10-06-1986 01-06-1987 26-08-1986 27-08-1986
US 5211812	A	18-05-1993	AU 648054 B2 AU 7002791 A CA 2035506 A1 DE 4008066 A1 EP 0441194 A2 IL 97070 A JP 4215803 A PT 96637 A	14-04-1994 08-08-1991 04-08-1991 08-08-1991 14-08-1991 11-11-1994 06-08-1992 30-10-1992
WO 0103810	A	18-01-2001	AU 5958300 A CA 2277449 A1 EP 1200166 A2 JP 2003504177 T	30-01-2001 07-01-2001 02-05-2002 04-02-2003
US 2004210070	A1	21-10-2004	US 2007129559 A1	07-06-2007
DE 10024420	A1	29-11-2001	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2007/002174

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. B01D1/22 B01D5/00 C11B3/12

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
B01D C11B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 189 610 A (SHELL INT RESEARCH [NL]) 6. August 1986 (1986-08-06) Seite 6, Zeile 18 – Seite 7, Zeile 13; Ansprüche 1,2,4,10; Abbildung 1 Seite 3, Zeile 1 – Zeile 6 -----	1-19
X	US 5 211 812 A (VIELBERTH JOHANN [DE] ET AL) 18. Mai 1993 (1993-05-18) Spalte 5, Zeile 7 – Zeile 32; Anspruch 1; Abbildungen 1,2 Spalte 10, Zeile 37 – Zeile 43 -----	1,3,4, 7-21
X	WO 01/03810 A (MOUNT DENNIS WILLIAM [CA]) 18. Januar 2001 (2001-01-18) Seite 5, Zeile 21 – Seite 6, Zeile 21; Ansprüche 1-3; Abbildungen 1,5 Seite 12, Zeile 19 – Seite 13, Zeile 12 ----- -/--	1,4,8,13

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *G* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

26. Juli 2007

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

07/08/2007

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Saettel, Damien

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2007/002174

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 2004/210070 A1 (KRUIDENBERG MARCO [NL]) 21. Oktober 2004 (2004-10-21) Absätze [0002], [0007]; Anspruch 1; Beispiele 1,2 -----	20, 21
A	DE 100 24 420 A1 (GEA CANZLER GMBH [DE]) 29. November 2001 (2001-11-29) Absätze [0012], [0035] - [0052]; Anspruch 1; Abbildung 1 -----	1-21

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2007/002174

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 0189610	A	06-08-1986	AU	5133085 A	26-06-1986
			BR	8506331 A	26-08-1986
			CN	85109038 A	10-06-1986
			ES	8704086 A1	01-06-1987
			JP	61192303 A	26-08-1986
			ZA	8509605 A	27-08-1986
US 5211812	A	18-05-1993	AU	648054 B2	14-04-1994
			AU	7002791 A	08-08-1991
			CA	2035506 A1	04-08-1991
			DE	4008066 A1	08-08-1991
			EP	0441194 A2	14-08-1991
			IL	97070 A	11-11-1994
			JP	4215803 A	06-08-1992
			PT	96637 A	30-10-1992
WO 0103810	A	18-01-2001	AU	5958300 A	30-01-2001
			CA	2277449 A1	07-01-2001
			EP	1200166 A2	02-05-2002
			JP	2003504177 T	04-02-2003
US 2004210070	A1	21-10-2004	US	2007129559 A1	07-06-2007
DE 10024420	A1	29-11-2001	KEINE		